

# BREVET D'INVENTION

P.V. n° 17.171

Classification internationale :

N° 1.448.090



RECEIVED

APR 15 2005

## Procédé de coloration.

Société dite : **IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED** résidant en Grande-Bretagne.  
**GENERAL ELECTRIC CO.**

Demandé le 14 mai 1965, à 16<sup>h</sup> 26<sup>m</sup>, à Paris.

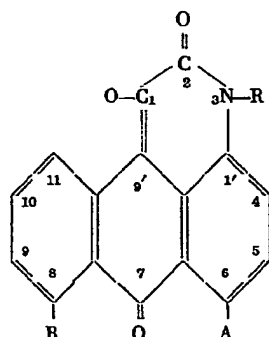
Délivré par arrêté du 27 juin 1966.

(Bulletin officiel de la Propriété industrielle, n° 32 de 1966.)

(2 demandes de brevets déposées en Grande-Bretagne les 15 mai 1964 et 8 avril 1965, sous le n° 20.416/1964, au nom de la demanderesse.)

La présente invention concerne un procédé de coloration et plus particulièrement un procédé de coloration dans la masse du polypropylène.

L'invention procure un procédé de coloration dans la masse du polypropylène à l'aide, comme agent colorant, d'un pigment de formule :



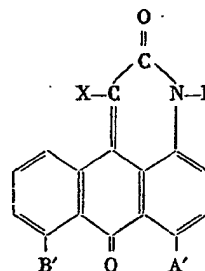
où R représente un atome d'hydrogène ou un radical alkyle ou cycloalkyle, X représente un atome d'hydrogène ou un radical acétyle ou carboalkoxy, et l'un des symboles A et B représente un atome d'hydrogène et l'autre un radical anthraquinonylamino, anthrapyridonylamino ou anthrapyridonyle.

Les radicaux alkyle représentés par R sont de préférence des radicaux alkyle inférieurs de 1 à 4 atomes de carbone, comme les radicaux éthyle, propyle, butyle et surtout méthyle. Un exemple d'un radical cycloalkyle représenté par R est le radical cyclohexyle. Toutefois, on préfère que R représente le radical méthyle.

Les radicaux carboalkoxy représentés par X sont, de préférence, des radicaux carboalkoxy dont le radical alkoxy compte 1 à 4 atomes de carbone et dont des exemples sont les radicaux carbométhoxy, carboéthoxy, carbopropoxy et carbobutoxy. Toute-

fois, on préfère que X représente un atome d'hydrogène.

Les pigments utilisés dans le procédé suivant l'invention et dans lesquels l'un des symboles A et B représente un radical anthraquinonylamino ou anthrapyridonylamino peuvent être obtenus eux-mêmes en faisant réagir une aminoanthrapyridone de formule :



où X et R ont les significations qui leur ont été données ci-dessus, et l'un des symboles A' et B' représente un atome d'hydrogène et l'autre un radical amino, avec une halogénoanthraquinone ou une halogénoanthrapyridone, respectivement, dans un solvant tel que le nitrobenzène et en présence d'un agent accepteur d'acide et d'un catalyseur au cuivre, par exemple comme décrit dans le brevet britannique n° 13.686 du 19 novembre 1907.

Les pigments utilisés dans le procédé suivant l'invention et dans lesquels l'un des symboles A et B représente un radical anthrapyridonyle peuvent être obtenus eux-mêmes en chauffant une halogénoanthrapyridone de formule :

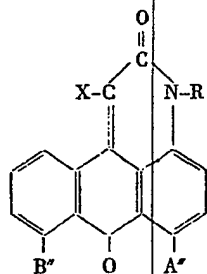
(Voir formule page suivante)

où X et R ont les significations qui leur ont été données ci-dessus, et l'un des symboles A'' et B''

66 2191 0 73 542 3

Prix du fascicule : 2 francs

Not Available Copy



représente un atome d'hydrogène et l'autre un atome d'halogène dans un solvant tel que le diméthylformamide ou le nitrobenzène, en présence d'un agent accepteur d'acide et d'un catalyseur au cuivre.

Le procédé suivant l'invention peut être exécuté avantageusement en mélangeant le pigment sous forme finement divisée avec le polypropylène solide (par exemple le polypropylène sous forme de poudre ou de petits granules), puis en fondant et en filant par des procédés classiques le polypropylène ainsi enrobé. Lorsque le pigment finement divisé se trouve à l'état de dispersion aqueuse, on préfère, après avoir mélangé la dispersion aqueuse avec le polypropylène, sécher le mélange avant de le filer à l'état fondu.

On préfère que le polypropylène ainsi enrobé soit filé en fibres après avoir été fondu. Les fibres de polypropylène obtenues ont des nuances du jaune au violet d'une excellente solidité à la lumière, aux traitements au mouillé tels que le lavage et aux traitements par la chaleur sèche. Les pigments utilisés dans le procédé suivant l'invention ont un grand pouvoir colorant et ne sont pas dégradés par les températures élevées au cours du filage à l'état fondu, de sorte que le procédé suivant l'invention permet d'obtenir des fibres de polypropylène colorées en nuances profondes et vives.

L'invention est illustrée, sans être limitée, par les exemples suivants dans lesquels les parties et pourcentages sont en poids.

**Exemple 1.** — On mélange 1 partie de 8 : 8' - bis - (3 - méthyl - 1'' : 9'' - anthrapyridonyl) amine, sous forme finement divisée, intimement avec 100 parties de polypropylène en poudre. Le mélange obtenu est passé dans une extrudeuse à vis chauffée pour former un jonc compact qui est alors débité en petits fragments. Les fragments obtenus de polypropylène pigmenté sont alors filés à l'état fondu en fibres d'une nuance rouge foncé ayant une excellente solidité à la lumière, à la chaleur, au vaporisage, au lavage, au nettoyage à sec et au frottement.

Dans l'exemple ci-dessus, le passage du polypropylène dans une extrudeuse à vis chauffée peut être remplacé par un pressage à chaud du polypropylène en un jonc solide, mais en variant le passage

du polypropylène dans une extrudeuse à vis chauffée puis son filage à l'état fondu peuvent être combinés en une opération à l'aide d'un appareil approprié pour donner des résultats analogues.

En remplaçant dans l'exemple ci-dessus la 8 : 8' - bis - (3 - méthyl - 1'' : 9'' - anthrapyridonyl) amine par 1 partie des isomères 6 : 8' ou 6 : 6' correspondants, on peut obtenir des fibres d'un rouge ou d'un violet foncé.

La 8 : 8' - bis - (3 - méthyl - 1'' : 9'' - anthrapyridonyl) amine utilisée dans l'exemple ci-dessus peut être obtenue en faisant réagir la 8 - amino - 3 - méthyl - 1' : 9' - anthrapyridone (décrite dans le brevet britannique n° 13.686 précité) avec la 8 - chloro - 3 - méthyl - 1' : 9' - anthrapyridone dans le nitrobenzène en présence d'un agent accepteur d'acide et d'un catalyseur au cuivre. Le produit obtenu se sépare du mélange de réaction et est recueilli par filtration, puis lavé avec du benzène et avec une solution aqueuse diluée d'acide chlorhydrique et séché. Le produit est amené à l'état finement divisé par un procédé quelconque connu pour amener les pigments à l'état de fine division, par exemple par broyage ou mise en pâte avec un acide.

L'isomère 6 : 8' correspondant est préparé de façon analogue à partir de 6 - amino - 3 - méthyl - 1' : 9' - anthrapyridone, tandis que l'isomère 6 : 6' est préparé comme dans le brevet anglais n° 13.686 de 1907.

**Exemple 2.** — On mélange 10 parties d'une dispersion aqueuse contenant 10 % de 6 - (anthraquinone - 2'' - yl amino) - 3 - méthyl - 1' : 9' - anthrapyridone avec 100 parties de polypropylène pulvérulent, puis on sèche le mélange obtenu dans l'air chaud. Le mélange séché est alors compacté, par exemple par passage dans une extrudeuse à vis chauffée, puis filé à l'état fondu en fibres rouge bleuâtre d'une excellente solidité à la lumière et au pressage à chaud, au vaporisage, au nettoyage à sec, au lavage et au frottement.

La 6 - (anthraquinone - 2'' - yl amino) - 3 - méthyl - 1' : 9' - anthrapyridone est préparée comme décrit dans le brevet anglais n° 13.686 de 1907 et est transformée en dispersion aqueuse à 10 % par des procédés connus.

Au lieu des 10 parties de la dispersion aqueuse à 10 % de 6 - (anthraquinone - 2'' - yl amino) - 3 - méthyl - 1' : 9' - anthrapyridone utilisée dans l'exemple ci-dessus, on utilise 10 parties de dispersions aqueuses à 10 % de 6 - (anthraquinone - 1'' - yl amino) - 3 - méthyl - 1' : 9' - anthrapyridone ou de 8 - (anthraquinone - 1'' - yl amino) - 3 - méthyl - 1' : 9' - anthrapyridone pour obtenir des fibres de polypropylène pourpres ou rouge brunâtre, respectivement.

Le premier de ces pigments est obtenu comme décrit dans le brevet britannique n° 13.686 précité, tandis que le second est obtenu de façon analogue

Best Available Copy

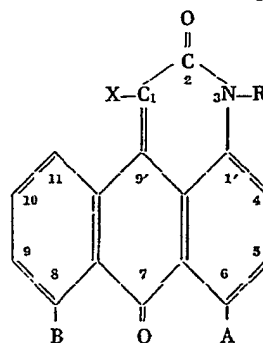
à partir de 8 - chloro - 3 - méthyl - 1' : 9' - anthrapyridone et de 1 - aminoanthraquinone.

*Exemple 3.* — On mélange 1 partie de bis - (3 - méthyl - 1' : 9' - anthrapyridone - 6 - yle) sous forme finement divisée avec 100 parties de polypropylène pulvérulent, puis on compacte le mélange formé et on le file à l'état fondu en fibres d'un jaune profond d'une excellente solidité à la lumière et au pressage à chaud, au vaporisage, au lavage, au nettoyage à sec et au frottement.

Le bis - (3 - méthyl - 1' : 9' - anthrapyridone - 6 - yle) utilisé dans l'exemple ci-dessus est obtenu en chauffant un mélange de 34 parties de 6 - bromo - 3 - méthyl - 1' : 9' - anthrapyridone, de 17 parties de bronze de cuivre et de 285 parties de diméthylformamide pendant 15 heures à 150 °C. Le solide précipité est alors recueilli par filtration, lavé avec du diméthylformamide puis avec de l'eau, traité à l'aide d'une solution aqueuse diluée d'acide nitrique et lavé finalement avec de l'eau. Le produit est alors séché et amené ensuite à l'état finement divisé par des procédés connus.

#### RÉSUMÉ

L'invention a pour objet un procédé de coloration dans la masse du polypropylène, caractérisé en ce qu'on utilise comme agent colorant un pigment de formule :



où R représente un atome d'hydrogène ou un radical alkyle ou cyclo-alkyle, X représente un atome d'hydrogène ou un radical acétyle ou carboalkoxy, et l'un des symboles A et B représente un atome d'hydrogène et l'autre un radical anthraquinonylamino, anthrapyridonylamino ou anthrapyridonyle, le pigment étant de préférence mélangé avec le polypropylène solide pour donner un mélange qui est ensuite fondu et filé en fibres.

Société dite :

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

Par procuration :

SIMONNOT & RINUY

Not Available Copy

Pour la vente des fascicules, s'adresser à l'IMPRIMERIE NATIONALE, 27, rue de la Convention, Paris (15°).